

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra obrábění, montáže a strojírenské metrologie

# **Metody zkoumání vlastností povlaku nástrojů nanášených metodami PVD a CVD**

Methods of investigation of coating  
properties of tools applied by PVD and  
CVD methods

Student:

Vojtěch Staněk

Osobní číslo

STA 0479

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Tomáš Szotkowski

Ostrava 2020

VŠB - Technická univerzita Ostrava  
Fakulta strojní  
Katedra obrábění, montáže a strojírenské metrologie

## Zadání bakalářské práce

Student: **Vojtěch Staněk**  
Studijní program: B2341 Strojírenství  
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie  
Téma: **Metody zkoumání vlastností povlaku nástrojů nanášených metodami PVD a CVD**  
**Methods of Investigation Coating Properties of Tools Applied by PVD and CVD Methods**  
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Úvod.
2. Povlaky a rozbor metod tvorby povlaků.
3. Rozbor vhodných metod zkoumání parametrů povlaků.
4. Experimentální část.
5. Závěr.

Seznam doporučené odborné literatury:


HUMÁR, A. *Materiály pro řezné nástroje*. Brno : MM Publishing Praha, 2008, 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.  
SHAW, Milton C. *Metal Cutting Principles*. 2nd edition. New York : Oxford University Press, 2005. 651. p. ISBN 0-19-514206-3.  
PERNIKÁŘ, J.; TYKAL, M.; VAČKÁŘ, J. *Jakost a metrologie, Část metrologie*. Brno : VUT v Brně, 2004. 151 s. ISBN 80-214-199-0.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Tomáš Szotkowski**

Datum zadání: 20.12.2019

Datum odevzdání: 18.05.2020

  
doc. Ing. et Ing. Mgr. Jana Petrů, Ph.D.  
vedoucí katedry



  
prof. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.  
děkan fakulty

## ***PODĚKOVÁNÍ***

Na úvod bych chtěl poděkovat mému vedoucímu práce, Ing. Tomáši Szotkowskému za vedení, cenné rady a informace při vypracování této práce. Dále Ing. Tomáši Čegánovi, Ph.D. z Fakulty materiálově – technologické za velmi vstřícný přístup a rady při vyhodnocování měření na elektronovém mikroskopu. V neposlední řadě patří díky také mé rodině a přátelům, kteří mi po dobu celého mého studia byly oporou.

---

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě dne 18. května 2020

  
.....  
Podpis studenta

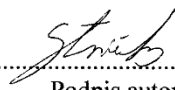
Prohlašuji, že:

- jsem si vědom, že na tuto moji závěrečnou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. Zákon o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (dále jen Autorský zákon), zejména § 35 (Užití díla v rámci občanských či náboženských obřadů nebo v rámci úředních akcí pořádaných orgány veřejné správy, v rámci školních představení a užití díla školního) a § 60 (Školní dílo),
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB-TUO“) má právo užít tuto závěrečnou bakalářskou práci nekomerčně ke své vnitřní potřebě (§ 35 odst. 3 Autorského zákona),
- bude-li požadováno, jeden výtisk této bakalářské práce bude uložen u vedoucího práce,
- s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 Autorského zákona,
- užít toto své dílo, nebo poskytnout licenci k jejímu využití, mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše),
- beru na vědomí, že - podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů - že tato bakalářská práce bude před obhajobou zveřejněna na pracovišti vedoucího práce, a v elektronické podobě uložena a po obhajobě zveřejněna v Ústřední knihovně VŠB-TUO, a to bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě dne 18. května 2020

Vojtěch Staněk

Sušilova 1335, Vsetín

  
.....  
Podpis autora práce

## **ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

STANĚK, Vojtěch. *Metody zkoumání vlastností povlaku nástrojů nanášených metodami PVD a CVD : bakalářská práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita, Fakulta strojní, Katedra obrábění, montáže a strojírenské metrologie, 2019, 50 s. Vedoucí práce: Szotkowski, T.

V této bakalářské práci se zaměřuji na problematiku měření a kontrolu vlastností povlaku obráběcích nástrojů, zejména jeho tloušťky. V rešeršní části se zabírám principy základních metod povlakování a jejich modifikacemi, dále příklady různých povlaků a jejich využití a na závěr rozbor základních vlastností, které musí každý povlak mít. Experimentální část se zabývá měřením tloušťky povlaku na stopce monolitního nástroje pomocí 3 různých mikroskopů. V závěru mé práce jsou poté tyto výsledky vyhodnoceny.

## **ANOTATION OF THE BACHELOR THESIS**

STANĚK, Vojtěch. *Methods of investigation of coating properties of tools applied by PVD and CVD methods : bachelor thesis*. Ostrava: VŠB – Technical university of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Machining, Assembly and Metrology, 2019, 50 p. Thesis head: Szotkowski, T.

In this bachelor thesis I focus on properties of machining tools coats, especially measuring its thickness. The theoretical part is about principles of basic methods of coating and their modifications, then examples of coats and their use and at the end I analysed basic abilities of the coats. Experimental part is about practical measuring of machining tools coat thickness with 3 different types of microscopes. In the thesis conclusion are my results evaluated.

# Obsah

<b>Seznam použitých značek a symbolů .....</b>	<b>9</b>
<b>Úvod .....</b>	<b>11</b>
<b>1. Metody povlakování .....</b>	<b>12</b>
<b>2. Metoda PVD .....</b>	<b>13</b>
2.1 Naprašování .....	14
2.1.1 Magnetronové naprašování .....	15
2.2 Napařování .....	16
2.2.1 Obloukové odpařování .....	16
2.3 Iontová implantace .....	17
<b>3. Metoda CVD .....</b>	<b>19</b>
<b>4. Vybrané PVD povlaky nástrojů .....</b>	<b>20</b>
4.1 TiN .....	20
4.2 TiAlN .....	20
4.3 AlTiN .....	21
4.4 TiCN .....	21
4.5 ZrN .....	22
4.6 CrN .....	22
<b>5. Vlastnosti povlaků a metody jejich měření .....</b>	<b>23</b>
5.1 Zkoušky tvrdosti a mikrotvrdosti .....	23
5.1.1 Zkouška tvrdosti dle Brinella .....	23
5.1.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella .....	24
5.1.3 Zkouška tvrdosti dle Vickerse .....	25
5.1.4 Zkouška tvrdosti dle Knoop .....	26
5.2 Kontrola tloušťky povlaku .....	26
5.2.1 Kalotest .....	27
5.2.2 Mikroskopie .....	28
5.3 Kontrola adhezních a kohezních vlastností .....	29
5.3.1 Vtisková zkouška .....	29
5.3.2 Vrypová zkouška .....	29
5.4 Kontrola drsnosti .....	31
<b>6 Experimentální část .....</b>	<b>32</b>
6.1 Povlakovací komora .....	32
6.2 Vzorek .....	33
6.3 Příprava vzorku .....	35
6.4 Použité mikroskopy .....	37
6.4.1 Optický mikroskop Alicona Infinite Focus .....	37

6.4.2	Digitální mikroskop Keyence VHX 6 000 .....	38
6.4.3	Řádkovací elektronový mikroskop QUANTA 450 FEG.....	39
6.5	Postup měření .....	40
6.6	Měření na mikroskopu InfiniteFocus .....	40
6.7	Měření na mikroskopu VHX 6 000 .....	42
6.8	Měření na SEM QUANTA 450 FEG .....	44
<b>Závěr.....</b>		<b>46</b>
<b>Seznam použité literatury a citací.....</b>		<b>47</b>



## Seznam použitých značek a symbolů

A	Adheze	
AC	Alternating Current (střídavý proud)	[A]
APCVD	Atmosphere Pressure CVD (Atmosférická CVD)	
BSE	Zpětně odražené elektrony	
CCD	Charge coupled device (obrazový snímač)	
CVD	Chemical Vapour Deposition (chemické napařování z plynné fáze)	
d	Průměr ocelové kuličky při kalotestu	[mm]
d <sub>1</sub>	Úhlopříčka vtisku při zkoušce Vickers	[mm]
d <sub>2</sub>	Úhlopříčka vtisku při zkoušce Vickers	[mm]
D	Kritický průměr vtisku při zkoušce Vickers	[mm]
DC	Direct Current (stejnoseměrný proud)	[A]
F	Zatěžující síla	[N]
F <sub>N</sub>	Normálová síla	[N]
F <sub>T</sub>	Tangenciální síla	[N]
HB	Hardness Brinell (tvrdost dle Brinella)	
HBS	Hardness Brinell Steel (tvrdost dle Brinella s indentorem ocelová kulička)	
HBW	Hardness Brinell Wolfram (tvrdost dle Brinella s indentorem kuličky z SK)	
H <sub>K</sub>	Hardness Knoop (tvrdost dle Knoopu)	[HK]
HRA	Hardness Rockwell A (tvrdost dle Rockwella typu A)	
HRB	Hardness Rockwell B (tvrdost dle Rockwella typu B)	
HRC	Hardness Rockwell C (tvrdost dle Rockwella typu C)	
HSS	High speed steel (Rychlořezná ocel)	
H <sub>V</sub>	Hardness Vickers (tvrdost dle Vickerse)	[HV]
I <sub>e</sub>	Intenzita záření	[W/m <sup>2</sup> ]
K	Koheze	

$L_c$	Kritické zatížení při vrypové zkoušce	[N]
$l$	Délka delší úhlopříčky u $K_{nc}$ zkoušky	[mm]
LPCVD	Low Pressure CVD (Nízkotlaké CVD)	
$n$	Počet měření	
PCVD	Plasma CVD (Plazmatická CVD)	
PECVD	Plasma Enhanced CVD (Plazmaticky aktivovaná CVD)	
PVD	Physical Vapour Deposition (fyzikální napařování z plynné fáze)	
$r_1$	Poloměr vnitřní kružnice při kalotestu	[mm]
$r_2$	Poloměr vnější kružnice při kalotestu	[mm]
$R$	Poloměr kuličky při kalotestu	[mm]
$S_x$	Výběrová směrodatná odchylka	[ $\mu\text{m}$ ]
$S_{xr}$	Výběrová střední chyba průměru	[ $\mu\text{m}$ ]
SE	Sekundární elektrony	
SEM	Scanning electron microscope (řádkovací elektronový mikroskop)	
SK	Slinuté karbidy	
$t$	Studentovo rozdělení	
$t_k$	Tloušťka určená kalotestem	
$v$	Stupeň volnosti	
$U_x$	Rozšířená nejistota	[ $\mu\text{m}$ ]
VBD	Vyměnitelná břitová destička	
VF	Vysokofrekvenční	
$x$	Kratší rozměr kulového vrchlíku při kalotestu	[mm]
$y$	Delší rozměr kulového vrchlíku při kalotestu	[mm]
$\alpha$	Hladina významnosti	[%]

# Úvod

Už od počátku lidského vývoje lidé používali nástroje k práci a výrobě. Ať už to byly nástroje kamenné, ve formě pazourku, tak primitivní kovové, ze slitin bronzu nebo železa. Jak běžel čas a vývoj technologií, tak se produktivita výroby a různorodost materiálu potřebné k výrobě součástí neustále zvyšovala, což se projevilo právě na vývoji nových nástrojů. V dnešním strojírenství je ale růst produktivity a technologií stále rychlejší, proto je kladen na obráběcí nástroje velký důraz. Delší trvanlivost či životnost nástroje v dnešní době zkracuje prostoj ve výrobě a snižuje náklady potřebné na výrobu.

Nízká trvanlivost či životnost nástroje vede k jeho rychlému opotřebení a časté výměně, což vede k zbytečným prostojům, případné zmetkovitosti a samozřejmě ke snížení celkové produktivity výroby. Aby se snížili tyto nežádoucí účinky, bylo potřeba začít používat lepší nástrojové materiály, správně optimalizovat řezné podmínky a také začít s vývojem nanášení ochranných povlaků na povrch nástroje, a hlavně dbát na jejich předepsané vlastnosti a rozměry, jako vyhovující tloušťka, chemické složení, tvrdost, ale také adhezní a kohezní vlastnosti, nebo drsnost.

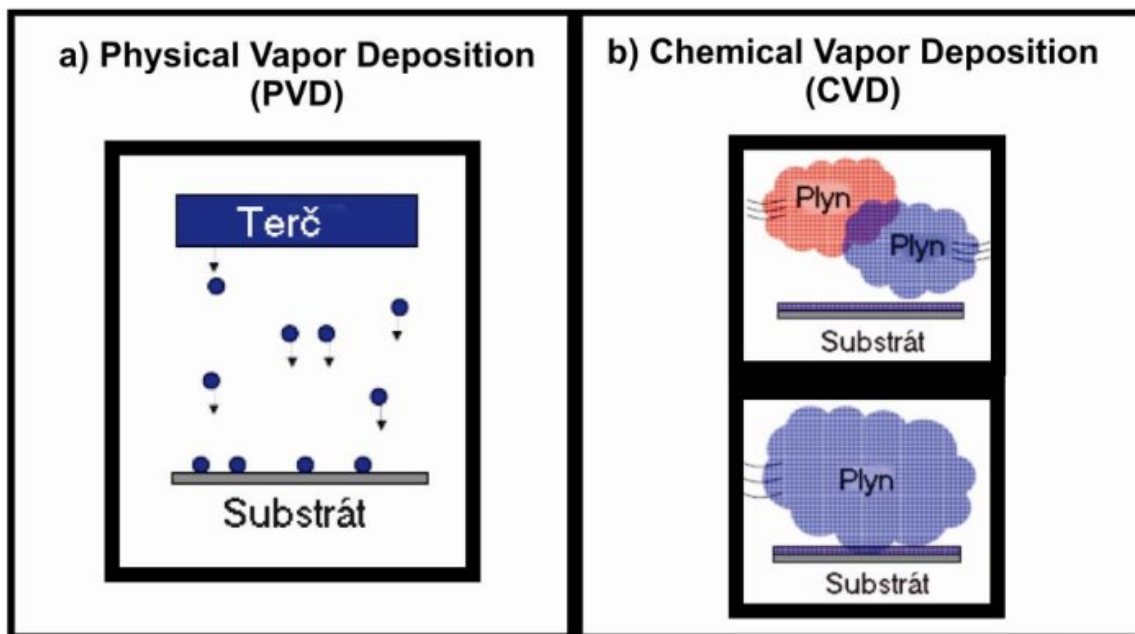
V dnešní době se používají především 2 základní technologie nanášení povlaků – technologie fyzikální depozice z plynné fáze PVD a technologie chemické depozice z plynné fáze CVD. Tyto povlakové metody byly vymyšleny a zdokonalovány, aby zajistily zvýšenou tvrdost povlaku, jeho otěruvzdornost, lepší fyzikální a chemické vlastnosti a tím pádem zdokonalily celý proces strojírenské výroby. V mé bakalářské práci se zaměřuji právě na použití a principy těchto metod a jejich povlaků, ale především na jejich vlastnosti (zejména tloušťku) a metody kontroly a měření.

# 1. Metody povlakování

Metody povlakování zpravidla bývají používány jako finální operace již tepelně upraveného řezného nástroje. Aby byla zajištěna dobrá adheze povlaku na nástroji (tzv. substrátu), musí být nejdříve dokonale očištěn (mechanicky, například jemným pískováním, nebo chemicko – fyzikálně, například ultrazvukem). Samotné povlakování spočívá v nanesení velmi tenké ochranné vrstvy na základní materiál. Tato vrstva má velmi vysokou tvrdost a pevnost, což je zapříčiněno tím, že povlakový materiál neobsahuje žádné pojivo a má jemnozrnnou strukturu. Zároveň také tvoří bariéru před difúzním opotřebením nástroje. <sup>[1,6,7]</sup>

Základními technologiemi jsou:

- 1) *Metoda PVD* – fyzikální napařování z plynné fáze (materiál povlaku je odpařován z pevného zdroje)
  - 2) *Metoda CVD* – chemické napařování z plynné fáze (materiál povlaku je tvořen z plynu)
- [6]

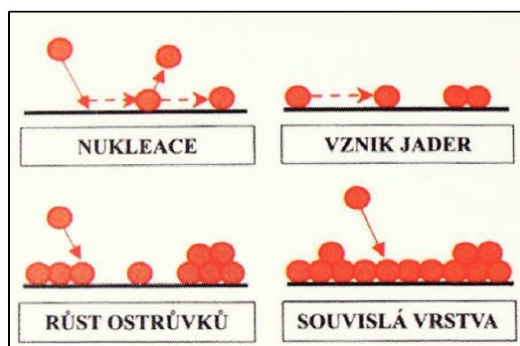


Obrázek 1 – Schéma tvorby povlaku metodou a) PVD, b) CVD <sup>[6]</sup>

## 2. Metoda PVD

Metoda PVD (Physical Vapour Deposition, tedy fyzikální napařování z plynné fáze) je mladší ze 2 základních metod, původně určena pro nástroje z rychlořezných ocelí. Depoziční teplota této metody se pohybuje okolo 500 °C. <sup>[1]</sup>

Povlaky se touto metodou nanášejí v depozičních vakuových komorách za nízkého tlaku ( $0,1 \div 1,0$  Pa) a fungující na principu kondenzace částic (buď atomů, nebo shluku atomů), které jsou uvolňovány ze zdroje, tzv. terčů, různými fyzikálními metodami, jako jsou rozprašování (urychlené ionty argonu vytvářené ve zkříženém elektromagnetickém poli) nebo odpařováním (indukčně, napětovým obloukem, nebo laserem). Tyto uvolněné částice jsou ionizovány a reagují s atmosférou depoziční komory, která je naplněna inertním nebo reaktivním plynem (například Ar a N<sub>2</sub>) a záporným předpětím jsou urychlovány k povrchu nástroje, kde se usazují ve formě tenké, homogenní vrstvy o tloušťce 1 až 5 μm. Atomy, které dopadnou na povrch nástroje, jsou nejdříve zachyceny procesy fyzikální či chemické sorpce, pohybují se po povrchu a poté jsou buď zachyceny trvalou vazbou, nebo uvolněny zpět do atmosféry. Další atomy, které na povrch dopadnou, se právě díky pohybu můžou spojit a tvořit tak zárodky, popřípadě ostrůvky, rostoucí vrstvy. Tyto ostrůvky se poté spojují až spolu vytvoří souvislou vrstvu, která už poté zvětšuje jen svou tloušťku. <sup>[1]</sup>



Obrázek 2 – Schéma vzniku PVD povlaku <sup>[1]</sup>

Velkou výhodou této metody je možnost povlakování za nízkých teplot, od 30 do 500 °C a také možnosti povlakování ostrých hran nástrojů až o poloměru zaoblení 20 μm. V porovnání s metodou CVD je u metody PVD menší ovlivnění mechanických vlastností povlakovaného nástroje a nižší energetická náročnost. <sup>[1,2]</sup>

Mezi hlavní nevýhody patří zejména složitost celého vakuového systému depoziční komory, a také nutnost rotačního pohybu povlakovaných nástrojů z důvodu zamezení tzv. stínového efektu (na plochách, které neleží ve směru proudu částic, se vytvoří nerovnoměrná, nebo žádná vrstva povlaku). <sup>[1]</sup>



**Obrázek 3 – Pracovní komora stroje na povlakování s planetovými držáky <sup>[3]</sup>**

U této metody je povlak nejčastěji tvořen:

- 1) *Naprašováním* (sputtering)
- 2) *Napařováním* (evaporation)
- 3) *Iontovou implantací* (ion – planting) <sup>[1]</sup>

## **2.1 Naprašování**

Tento proces je založen na principu depozice (nanesení) částic oddělených z povrchu zdroje fyzikálním odprašovacím procesem. Zpravidla probíhá ve vakuu, případně za nízkých tlaků plynu ( $< 0,7$  MPa) aby se zamezilo kolizí s molekulami, které se nacházejí mezi zdrojem částic a nástrojem. Je také možnost naprašování za většího tlaku (0,7 až 2,0 MPa), kdy se využívá tepelné energie vzniklé při srážce s částicemi plynu atmosféry předtím, než se dostanou na povrch nástroje. <sup>[1]</sup>

Zařízení pro tuto metodu je tvořeno vakuovým systémem, katodou (terčem), vyrobenou z materiálu, ze kterého bude výsledný povlak vytvořen. Dále držákem nástrojů, odprašovacím plynem, čerpacím systémem a zdrojem energie. <sup>[1]</sup>

Doutnavý výboj, který je vytvořen elektrickým polem, hoří v atmosféře zředěného inertního plynu (argonu) za velmi nízkých tlaků ( $10^{-2}$  až  $10^{-7}$  Pa) a zastává funkci kladně nabitě elektrody. Nad záporně nabitým zdrojem (500 až 1 000 V) se díky výboji udržuje argonová plazma, jejíž kationty jsou elektrickým polem urychlovány na terč a při dopadu na jeho povrch v důsledku přenosu kinetické energie vyraží jednotlivé atomy nebo molekuly. <sup>[1]</sup>

Tato metoda je užitečná pro tvorbu povlaků z těžkovitelných materiálů bez ohřevu terče na vysokou teplotu, která je nutná při procesu odpařování. Dále je tu možnost umístění terče blízko nástroje. Mezi nevýhody naprašování patří například cena terčů, které jsou většinou drahé a materiály, ze kterých se vyrábějí, mají malé užití. Nebo také nutnost odvádění tepla z terče v důsledku narážení atomů. [1]

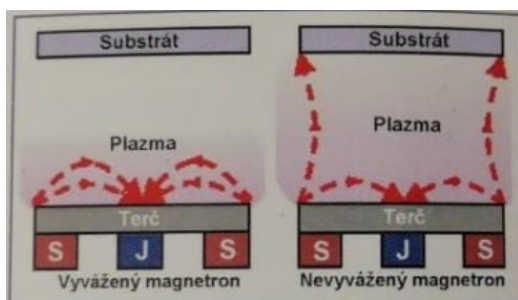
### 2.1.1 Magnetronové naprašování

Tato metoda je založena na zvýšení účinnosti ionizace poblíž terče pomocí magnetického pole. U běžné elektrody jsou ionty generovány daleko od terče, proto je možnost ztráty energie vůči vakuové komoře vysoká. Navíc počet elektronů, které dopadají na nástroj roste s nižším tlakem, proto je ionizace méně účinná. [1]

Magnetické pole o intenzitě několika set Gaussů může tedy ovlivnit elektrony plazmy, nikoliv však ionty. Vložením magnetu, respektive vlivem magnetického pole, se zakřiví, a tím pádem prodlouží, dráha nabitých částic. Tento proces má vysokou účinnost a může být provozován i při tlacích kolem  $10^{-1}$  Pa. [1,12]

Magnety magnetronu jsou většinou v komoře uskladněny podél vnějšího okraje a uprostřed katody. Pokud jsou magnety vnější a uprostřed stejně silné, jde o **vyvážený magnetron**, jehož magnety jsou navrženy tak, aby držely plazmu v těsné blízkosti terče. Pokud je jeden silnější než druhý (obvykle bývá silnější ten vnější) jde o **nevyvážený magnetron**, u kterého magnetické pole emituje elektrony k povlakovanému nástroji, u jehož povrchu se vytvoří sekundární plazma, která nám zajistí iontové bombardování nástroje, které se využívá pro řízení mnoha vlastností vznikajícího povlaku. [1]

Mezi výhody magnetronového naprašování patří například možnost odpařování libovolných materiálů (jak elektricky vodivých, tak nevodivých). U dielektrických materiálů se ale musí použít pro odpařování VF napětí. Mezi nevýhody můžeme zařadit možnost horší adheze povlaku, která je způsobena ionizací pracovního plynu, né však rozprašovaného materiálu. [1]



Obrázek 4 – Magnetické pole vyváženého a nevyváženého magnetronu [1]

## 2.2 Napařování

V tomto procesu je materiál odpařován z terče, který je ohříván různými způsoby. Povlakovaný nástroj je připojen na požadované přepětí buď AC nebo DC proudu.

Samotný proces probíhá ve vakuu ( $10^{-3}$  až  $10^{-8}$  Pa), při kterém je střední volná dráha částice (dráha, při které částice proletí mezi dvěma srážkami) při porovnání se vzdáleností nástroj – terč velká. V důsledku toho se atomy před uchycením na nástroji pohybují po nekolizních drahách, což má za následek tvorbu povlaku s nerovnoměrnou tloušťkou. Ke zmenšení střední volné dráhy je do depoziční komory přiváděn plyn (argon) pod vyšším tlakem (0,7 až 26,7 Pa), který zajistí menší střední volnou dráhu částic, tedy více kolizních drah a povlak je poté rovnoměrnější. <sup>[1,4]</sup>

Mezi výhody procesu napařování patří například vysoká životnost odpařovaného terče a možnosti umístit terč a povlakované nástroje blízko k sobě, což souvisí také se zmenšením prostoru depoziční komory. Mezi nevýhody patří vysoká cena těchto terčů z důvodu malého využití materiálu, ze kterých se vyrábějí. <sup>[1]</sup>

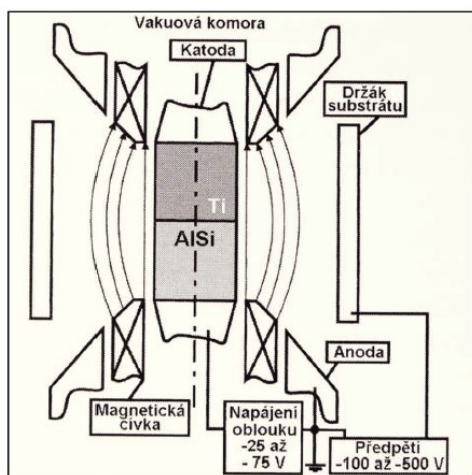
### 2.2.1 Obloukové odpařování

Princip metody spočívá v odpařování materiálu terče pomocí nízkonapětového oblouku za nízkého tlaku. Na anodě, tvořené vakuovou komorou, hoří oblouk po celé její ploše. Zatímco na katodě (terči) hoří bodově (na místě o průměru cca 20  $\mu\text{m}$ ) katodová skvrna. Tato skvrna se po katodě náhodně pohybuje, z čehož vyplývá, že v místě, kde hoří, odpařuje materiál terče (skvrna má při proudu kolem 100 A teplotu zhruba 10 000 až 20 000 °C). Pohyb této skvrny lze řídit magnetickým polem. <sup>[1,10]</sup>

Existují 2 základní katodické obloukové systémy, a to pulzní a kontinuální. U pulzního je oblouk neustále zapalován a hašen pomocí kondenzátoru. To má za následek lehčí zchlazení katody na úkor poklesu rychlosti povlakování. Kontinuální systém je oproti pulznímu jednodušší, ale hrozí zde tvorba makročástic, které mohou znehodnotit povlak. <sup>[1]</sup>

Zařízení pro obloukové odpařování je znázorněno na obrázku 5. Je složeno z centrální katody (na obrázku složena ze 2 částí používaná pro povlak TiAlSiN). Tlak v komoře je 0,2 Pa. Pohyb katodické skvrny je ovládán tak, aby došlo k rovnoměrnému odpařování katody. Samotné nástroje jsou upevněny symetricky kolem katody v planetových držácích. <sup>[1]</sup>





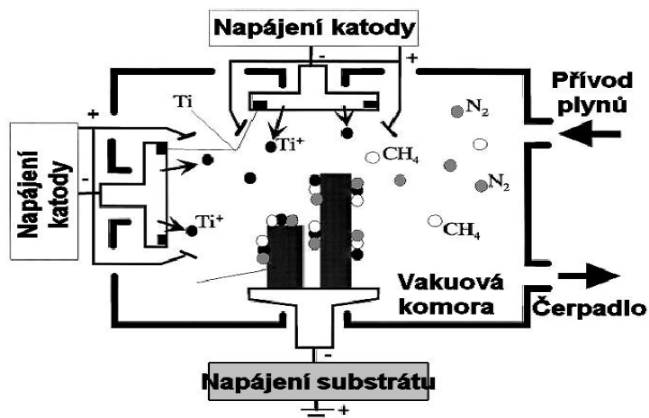
Obrázek 5 – Schéma zařízení pro obloukové napařování [10]

Mezi výhody obloukového odpařování patří možnost odpařování všech vodivých materiálů (což se dá považovat také jako nevýhoda), nebo také plazmatická aktivace reaktivních plynů, jenž zlepšují proces odpařování. [1]

## 2.3 Iontová implantace

Tato metoda PVD povlakování je kombinací obou předchozích metod, tedy napařování a napařování, protože zdrojem částic povlaku může být buď odpaření nebo odprášení. [1,5]

Princip je založen na silném elektrickém poli (rozdíl až  $10^4$  V) mezi povlakovaným nástrojem (katodou) a odpařovačem. Dochází tedy k elektrickému výboji v reaktivní atmosféře, která ionizuje jak částice atmosféry, tak odpařené částice čistého kovu. Následnou reakcí těchto iontů vzniká povlak, který se usadí na katodě. [1,5]



Obrázek 6 – Iontová implantace [5]

Mezi výhody iontové implantace patří přivedení značeného množství energie do rostoucího povlaku, rovnoměrný průběh procesu a široký rozsah povlakových materiálů a výbornou adhezi k základnímu materiálu. Nevýhodami je nutnost řízení mnoha depozičních parametrů a delší doba trvání (až 5 hodin). <sup>[1]</sup>

### 3. Metoda CVD

Metoda CVD (Chemical Vapour Deposition, tedy chemické napařování z plynné fáze) je druhou ze základních metod povlakování rezných nástrojů. Tato metoda byla vyvinuta hlavně pro povlakování VBD vyrobených ze slinutých karbidů a probíhá za vyšších teplot než metoda PVD ( $1\,000 \div 1\,200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) z důvodu difundování plynu do struktury SK. <sup>[1]</sup>

Tento chemický proces povlakování je založen na chemické reakci sloučenin plazmy, která se tvoří v bezprostřední blízkosti podkladového materiálu. Základním požadavkem je, aby v reakci byl obsažen stabilní plyn, který se v důsledku přivedené tepelné energie (ohřevem, plazmovým obloukem, laserem) chemicky rozložil (například plyny  $\text{TiCl}_4$ ,  $\text{ZrCl}_4$  nebo kovové halogenidy). Produkty tohoto plynu jsou pak ukládány na povrch povlakovaného nástroje a působí zde jako katalyzátory (látky pomáhající uskutečnit chemickou reakci). Aby tato reakce proběhla, musí být v plynech obsažen i nekovový plyn ( $\text{N}_2$ ,  $\text{NH}_4$ ). <sup>[1]</sup>

Mezi hlavní výhody této metody patří vysoká hustota a teplotní stabilita výsledného povlaku, vynikající adheze k podkladovému materiálu a vysoká homogenita povlaku. Mezi nevýhody patří nutnost vysokých procesních teplot, které mají za důsledek teplotní ovlivnění základního materiálu, z čehož se odvíjí nemožnost použití pro rychlořezné oceli. Další nevýhodou je také dlouhá doba procesu (8 až 10 hodin). <sup>[1,8]</sup>

Technologií depozice z plynné fáze existuje mnoho modifikací, kde vedle konvenční metody CVD patří například:

- 1) *Plazmaticky aktivovaná CVD* (Plasma Enhanced CVD – PECVD / PCVD), která je nejčastěji používanou a využívající plazmu reakčních plynů
- 2) *Atmosférická CVD* (Atmosphere Pressure CVD – APCVD)
- 3) *Nízkotlaká CVD* (Low – Pressure CVD – LPCVD) <sup>[1,8,9]</sup>

## 4. Vybrané PVD povlaky nástrojů

### 4.1 TiN

Nitrid titanu je základním a univerzálním typem povlaku, který má velmi vysokou odolnost proti opotřebení a dobrou adhezi k základnímu materiálu, na druhou stranu má poměrně nízkou tepelnou vodivost. Maximální teplota použití povlaku se pohybuje kolem 500 °C a jeho tvrdost je kolem 2 300±200 HV. Vzhledem k nízké ceně se velmi často používá pro výrobu povlaku nástrojů z HSS oceli. Jsou charakteristické pro svoji zlatou barvu. <sup>[1,10,14,16]</sup>



Obrázek 7 - Vrták s TiN povlakem <sup>[14]</sup>

### 4.2 TiAlN

Tento povlak byl vyvinut z povlaku nitridu titanu přimícháním hliníku. Tato vrstva povlaku je vysoce výkonná, vhodná pro obrábění při nedostatečném chlazení. Maximální teplota, při které lze tento povlak bezpečně použít je 800 °C. Obsah hliníku je zde do 50 %, s vyšším obsahem už se používá název povlaku AlTiN. Jako takový, materiál TiAlN neexistuje. Jedná se o vazbu nitridu titanu (TiN) a nitridu hliníku (AlN). Barva povlaku je růžovofialová. <sup>[10,13,14]</sup>



Obrázek 8 – Vrták s TiAlN povlakem <sup>[14]</sup>

### 4.3 AlTiN

AlTiN je povlak s vysoce teplotně odolnou vrstvou, vhodnou pro obrábění tvrdých materiálů a obrábění bez přívodu chlazení. Maximální přípustná pracovní teplota je 900 °C. Mezi 65–70 % obsahu Al se u povlaku zhoršuje otěruvzdornost. Je charakteristický pro svou černošedou barvu <sup>[10,14]</sup>



Obrázek 9 – Závítník s AlTiN povlakem <sup>[14]</sup>

### 4.4 TiCN

Takzvaný titan karbonitrid je povlak s tvrdostí 3 500±500 HV a své využití si drží zejména jako dekorativní povlak. Má velmi dobrou adhezi, odolnost proti opotřebení a vysokou tepelnou vodivost. Je vyráběn zpravidla metodou obloukovou. Z hlediska obrábění se používá zpravidla ve frézovacích a vrtacích operacích, nebo při soustružení závitů. Maximální teplota použití je 400 °C. Je charakteristický pro svou hnědočernou barvu. <sup>[2,15]</sup>



Obrázek 10 – Frézy povlakované TiCN povlakem <sup>[15]</sup>

## 4.5 ZrN

Nitrid zirkonu má velmi podobné vlastnosti jak nitrid titanu, jeho výroba je však mnohem nákladnější. Tvrdost jeho vrstvy se pohybuje okolo 2 400 HV a maximální teplota užití je kolem 500 °C. Má velmi dobré korozivzdorné vlastnosti a vysokou otěruvzdornost. Své využití si například našel v medicíně, protože je biokompatibilní, nebo také v dekorativním povlakování, jelikož jeho barva je lehce zaměnitelná se zlatem. [2,10,17]



Obrázek 11 – Fréza s povlakem ZrN [17]

## 4.6 CrN

Tento povlak disponuje velmi dobrou otěruvzdorností, adhezí a třecími vlastnostmi při nižším mazání. Jeho tvrdost se pohybuje kolem  $2\,000 \pm 200$  HV a maximální provozní teplotou kolem 600 °C. V třískovém obrábění se zpravidla používá pro obráběcí operace neželezných kovů, zejména slitin titanu a mědi. Je také charakteristický pro svou stříbrnou barvu. [18]



Obrázek 12 – Fréza s CrN povlakem [19]

## 5. Vlastnosti povlaků a metody jejich měření

Každý z těchto povlaků (a mnohé další) je charakterizován určitým spektrem vlastností a parametrů, které je třeba sledovat a dodržovat, aby byla zaručena správná funkčnost a životnost povlaku. Tyto vlastnosti jsou:

- 1) Tvrdost a mikrotvrdost
- 2) Tloušťka
- 3) Adhezní a kohezní vlastnosti
- 4) Drsnost povrchu <sup>[1]</sup>

### 5.1 Zkoušky tvrdosti a mikrotvrdosti

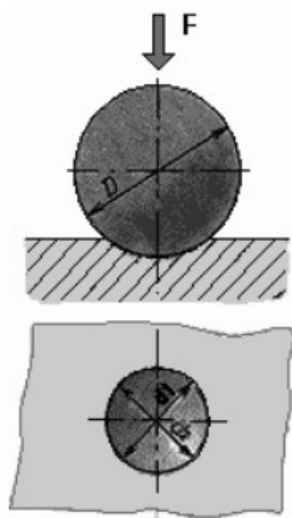
Tvrdost jako takovou nelze definovat jako veličinu, protože její hodnota závisí na jedinečných vlastnostech daného materiálu a podmínkách zkoušení. I tak se ale jako tvrdost vyjadřuje odpor tělesa či materiálu vůči vniku tělesa cizího. Tato vlastnost se testuje 4 základními metodami:

- 1) Zkouška tvrdosti dle Brinella
- 2) Zkouška tvrdosti dle Rockwella
- 3) Zkouška tvrdosti dle Vickerse
- 4) Knoopova metoda <sup>[1]</sup>

#### 5.1.1 Zkouška tvrdosti dle Brinella

Tato zkouška, vymyšlena švédským technikem J.A Brinellem, se řadí mezi zkoušky statické. Postup a způsob provedení je zaznamenán v normě ČSN EN ISO 6506-1. Princip zkoušky spočívá v zatlačení zkušebního tělíska (indentoru) ve tvaru kuličky do zkoušeného materiálu a následné změření průměru vtisku. Hodnota tvrdosti se označuje HB (zkratka z Hardness Brinell). Pokud je indenter vyroben z oceli, označuje se tvrdost HBS, pokud je vyroben ze slinutého karbidu, tak HBW. <sup>[22]</sup>

Tato metoda se ale zpravidla používá pro měření měkkých až středně tvrdých materiálů, tudíž pro povlaky vhodná není. <sup>[1,21]</sup>



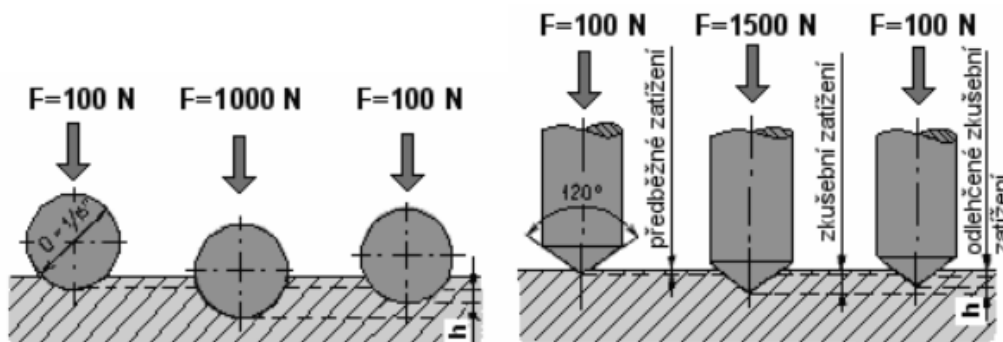
Obrázek 13 – Schéma zkoušky tvrdosti dle Brinella <sup>[22]</sup>

### 5.1.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella

Tato zkouška, stejně jako podle Brinella, patří mezi statické zkoušky tvrdosti. Postup provedení je zpracován v normě ČSN EN ISO 6508-1. Zkušebním tělískem je diamantový kužel s vrcholovým úhlem  $120^\circ$  pro tvrdé materiály (HRA), nebo ocelová kalená kulička pro středně tvrdé materiály (HRB). U tvrdosti HRC je také použit diamantový kužel, ale s vyšší zatěžující silou. <sup>[1,23]</sup>

Zatěžující tělísko se nejdříve do tělesa zatlačí předběžnou silou a následně celkovou. Předběžným zatížením se eliminuje vliv pružné deformace materiálu. <sup>[1,23]</sup>

Tato zkouška se používá zejména pro měření tvrdosti nástrojových materiálů nepovlakovaných. Z důvodu nutnosti určit hloubku vtisku je nepoužitelná pro určení tvrdosti povlaku. <sup>[1]</sup>



Obrázek 14 – Schéma měření tvrdosti dle Rockwella HRB a HRC <sup>[24]</sup>



### 5.1.3 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Další ze statických metod určení tvrdosti spočívá opět v zatlačování zkušebního tělíska (indentoru) do zkoušeného materiálu, ale v tomto případě se měří délky úhlopříček vtisku diamantového čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem  $136^\circ$ . Princip měření je popsán v normě ČSN EN ISO 6507-1. Výsledná hodnota tvrdosti se označuje HV. Obvyklé zatížení bývá mezi 2 až 981 N. <sup>[1,25]</sup>

Tato metoda je vhodná pro širokou škálu materiálů a její výhodou je, že výsledná hodnota nemá závislost na zatěžující síle. Díky tomu si našla uplatnění také u měření tvrdosti povlaků (v tomto případě je ale nutné, aby hloubka vtisku nepřesáhla 1/10 celkové tloušťky povlaku), kdy je tvrdost dle Vickerse nejpoužívanější metodou. <sup>[1,25]</sup>

Touto metodou lze také určit mikrotvrdost povlaku, kdy se ale hodnoty zatížení pohybují pod 2 N. Důvodem takto nízké síly je eliminace vlivu základního materiálu na konečné tvrdosti. <sup>[1]</sup>

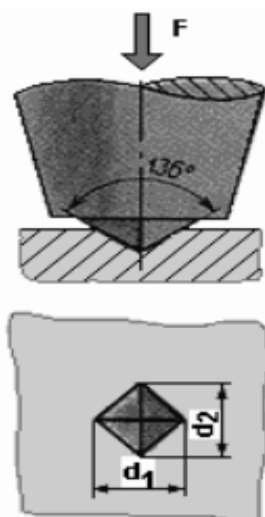
Výpočet tvrdosti dle Vickerse je dán vztahem:

$$H_v = 0,189 * \frac{F}{D^2} \quad [\text{HV}] \quad (1)$$

Kde  $F$  je zatěžující síla [N] a  $D$  je kritický průměr úhlopříček určený ze vztahu:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad [\text{mm}] \quad (2)$$

kde  $d_1$  a  $d_2$  jsou jednotlivé úhlopříčky vtisku [mm] (viz obrázek 15).



Obrázek 15 – Schéma měření tvrdosti dle Vickerse <sup>[26]</sup>

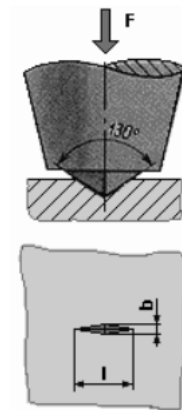
### 5.1.4 Zkouška tvrdosti dle Knoop

Knoopova zkouška je metoda měření mikrotvrdosti. Indentorem je čtyřboký komolý jehlan s poloměrem úhlopříček 7:1 a úhly 130 a 172,5 °. Výsledná hodnota tvrdosti se stanoví poměrem mezi zatěžující silou a povrchem vtisku (viz vztah 3). [1,27]

$$H_k = \frac{1,4509 \cdot F}{l^2} \quad [\text{HK}] \quad (3)$$

kde  $F$  je zatěžující síla [N] a  $l$  je délka delší úhlopříčky [mm]. [27]

Při měření touto metodou jsou kladeny vysoké nároky na kvalitu povrchu materiálu a kvalitu opracování zkušebního tělesa (zejména ostré hrany). [27]



Obrázek 16 – Schéma měření tvrdosti dle Knoop [27]

## 5.2 Kontrola tloušťky povlaku

Tloušťka je jednou ze základních vlastností povlaku, která ve výsledku velmi ovlivňuje řezné síly v procesu obrábění a tím pádem také trvanlivost nástroje. Tloušťku povlaku každého nástroje je třeba optimalizovat pro daný proces. Například tloušťka povlaku na závitnících se pohybuje od 1 do 2  $\mu\text{m}$ , kdežto u břitu odvalovacích fréz je to až 8  $\mu\text{m}$ . [1,30]

Nejrozšířenější formou měření tloušťky povlaku je takzvaný kalotest. Dalšími možnostmi kontroly je odstranění celé tloušťky povlaku v určitém místě a změření schodku pomocí profilometru. Dále jde také použít optický či elektronový rastrovací mikroskop. [1]

### 5.2.1 Kalotest

Kalotest je v současnosti nejrozšířenější metodou měření tloušťky povlaku. Jedná se o jednoduchou, přesnou, a hlavně nedestruktivní metodu měření, která je založena na principu rotující ocelové kuličky, na kterou je postupně nanášena diamantová pasta, která vybrousí na povlaku kulový vrchlík (kalotu). <sup>[1]</sup>

Z kulového vrchlíku se následně pomocí optického mikroskopu odečtou hodnoty  $x$  a  $y$  a následná tloušťka je poté vypočtena vztahem:

$$t_k = \frac{x \cdot y}{d} \quad [\mu\text{m}] \quad (4)$$

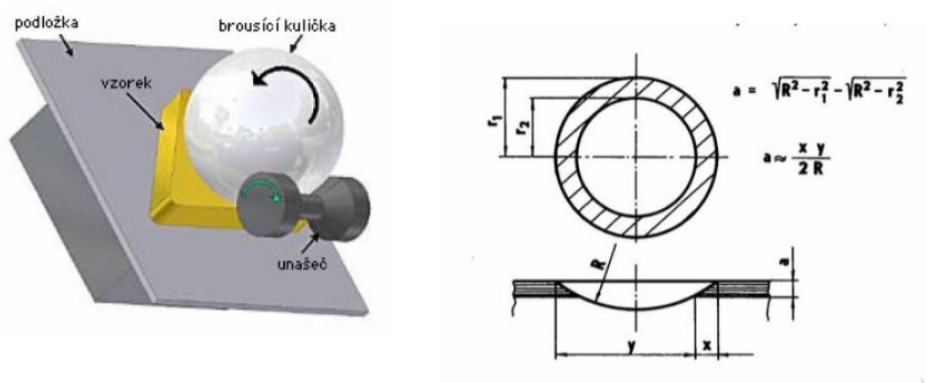
kde  $x$  a  $y$  jsou rozměry kulového vrchlíku  $[\mu\text{m}]$  a  $d$  je průměr ocelové kuličky  $[\mu\text{m}]$ . <sup>[28]</sup>

Tloušťku té lze také vyjádřit následujícím matematickým vztahem, který bere v úvahu poloměr výbrusu vnitřní a vnější kružnice a poloměr kuličky:

$$t_k = (R^2 - r_1^2)^{\frac{1}{2}} - (R^2 - r_2^2)^{\frac{1}{2}} \quad [\mu\text{m}] \quad (5)$$

kde  $R$  je poloměr kuličky  $[\mu\text{m}]$   $r_1$  je poloměry vnitřní kružnice ohraničující povlak se substrátem  $[\mu\text{m}]$  a  $r_2$  je poloměr kružnice vnější  $[\mu\text{m}]$ . <sup>[1]</sup>

Výhodou této metody je také možnost, krom určení samotné tloušťky, rozlišení vrstev povlaku, popřípadě také určení jejich počtu. Při výbrusu jsou vrstvy zobrazeny v šikmém řezu, takže jsou velmi dobře viditelné. <sup>[1]</sup>



**Obrázek 17 – Schéma metody kalotest s nákresem a charakteristickými rozměry výbrusu <sup>[29]</sup>**

### 5.2.2 Mikroskopie

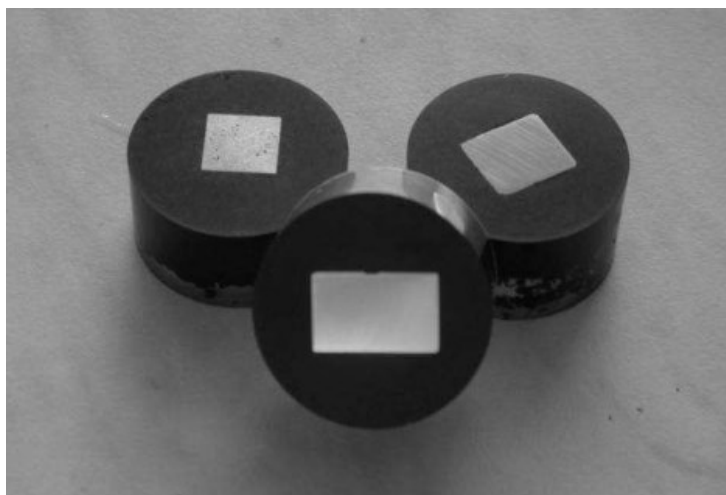
Tloušťku povlaku lze také změřit na vzorku odděleném od substrátu příčným řezem a následně změřením viditelné tloušťky povlaku na profilometru či mikroskopu.

Obecně se jako mikroskopie nazývá ta oblast optiky, kterou se dají sledovat struktury, které běžným okem nejsou viditelné (mikrosvět). Zdravé lidské oko je schopno rozlišit 2 body od sebe vzdálené 0,2 mm. Proto abychom byli schopni rozlišit menší struktury, je nutno zvětšit pozorovací úhel, a právě na to nám slouží různé druhy mikroskopů. <sup>[35]</sup>

Mikroskopy jako takové dělíme do mnoha skupin, ať už podle druhu záření, kterým osvětlujeme objekt (světlo, UV záření, infračervené záření), nebo podle uspořádání optické soustavy (např. odraženým nebo procházejícím světlem). Podle rozlišovací schopnosti dělíme také mikroskopii na *světelnou* (rozliší max. 200 nm) a *elektronovou* (rozlišení až 0,1 nm). <sup>[35]</sup>

Vzorek použitý pro měření a sledování parametrů materiálu pomocí mikroskopu se nazývá metalografický výbrus. Metalografický výbrus je vzorek, který má jednu svou plochu předem připravenou pro metalografické měření. Tento vzorek musí být také podle účelu, ke kterému je používán, patřičně připraven. <sup>[36]</sup>

Vzorek pro metalografický výbrus musí být vždy oddělen tak, aby tepelně a mechanicky nemohl ovlivnit výsledek měření. V důsledku lepšího manipulování se vzorkem a zachování povrchových vrstev se vzorek zalévá (za studena) nebo zalisuje (za tepla) do pryskyřice nebo plastu. Pro vyrovnání nerovností na povrchu se vzorek brousí a leští. Dále následuje leptání pro zvýraznění jednotlivých mikrostruktur. <sup>[36]</sup>



**Obrázek 18 – Připravený vzorek materiálu na metalografické měření zalitý v bakelitu <sup>[37]</sup>**

## 5.3 Kontrola adhezních a kohezních vlastností

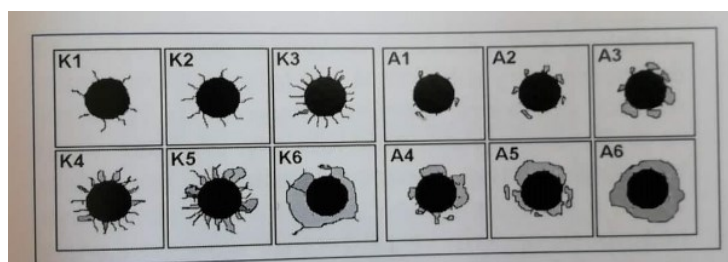
Adhezní vlastnosti povlaku velmi závisí už na předpřípravě povrchu nástroje před samotným povlakováním. Pouze při důkladném a kvalitním vyčištění a přípravě povrchu může dojít k plnému využití potenciálu povlaku a jeho funkci. [1,30]

K měření adhezních vlastností slouží například vtisková nebo vrypová zkouška. [1]

### 5.3.1 Vtisková zkouška

Tato zkouška někdy nazývána jako „Mercedes test“, je založena na určení napětí, které je potřeba pro překonání vazeb mezi povlakem a substrátem, za pomoci vtlačování indentoru (kulička nebo diamant používaný u metody Rockwell). Po vtlačení vznikají na rozhraní mezi substrátem a povlakem díky vzniklému napětí trhliny, které jsou klasifikovány značkami pro kohezní (K) a adhezní (A) vlastnosti a číslem, charakterizujícím stupeň poškození (odlupování či popraskání) vrstvy (viz obrázek 18). [1]

Tato metoda je velmi rozšířená, jednoduchá a dostupná, přičemž její hlavní výhodou je rychlé zjištění adhezních a kohezních vlastností s minimálním požadavkem na přesnost použitých nástrojů. Tato metoda patří mezi metody destruktivní, za to ale může být použita jak na předem připravených vzorcích, tak na reálných nástrojích se složitou řeznou geometrií. [1]

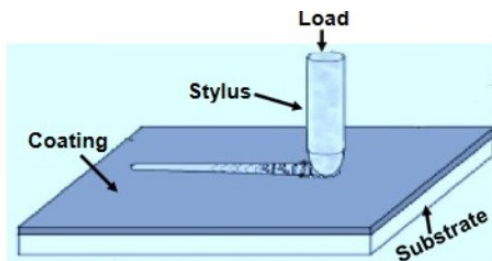


Obrázek 19 – Klasifikace vtisků [1]

### 5.3.2 Vrypová zkouška

Tato zkouška také nazývána z angličtiny jako „scratch test“ patří k základní metodě určení adheze. Je založena na principu vnikání Rockwellova indentoru (diamantový kužel s vrcholovým úhlem  $120^\circ$  a poloměru zaoblení špičky 0,2 mm) do povrchu vzorku pohybujícího se konstantní rychlostí po předem danou vzdálenost. Zatěžující síla bývá buď konstantní, nebo postupně narůstá (0 až 200N). [1]

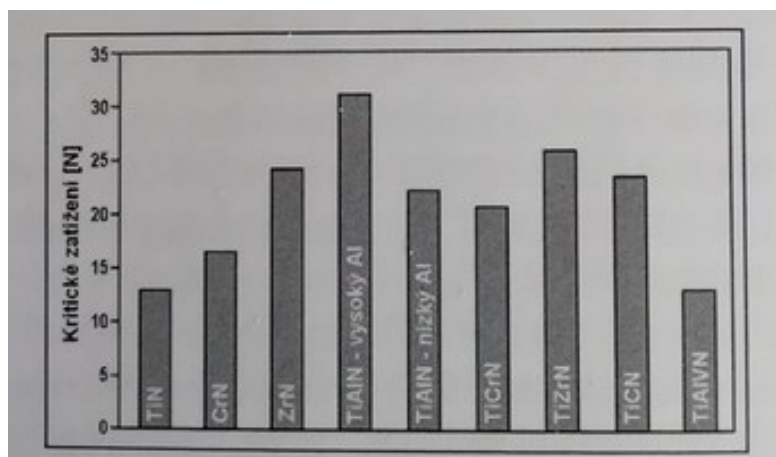
Dle normy ASTM C1624-05 lze tuto metodu použít pro povlaky tloušťky od 0.1 do 30  $\mu\text{m}$ . Mimo dovolený rozsah tlouštěk se měření nedoporučuje z důvodu případné nutné změny geometrie indentoru a velikosti zatížení. Vzorky bývají zpravidla rovinné, válcové se dají měřit pouze se speciálním upínacím přípravkem. <sup>[1]</sup>



**Obrázek 20 – Schéma vrypové zkoušky <sup>[31]</sup>**

V okolí zkušebního hrotu je v průběhu zkoušky do vrstvy přeneseno velké množství deformací a vznikají zde 3 formy napětí. Elasticko-plastické vnikací napětí, napětí vzniklé třecí silou a vnitřní napětí materiálu, což má za důsledek porušení vrstvy a následné zničení povlaku, kdy je možné pozorovat a vyhodnocovat parametry:

- a) Poškození vrstvy generované napětím ve vztahu k zatěžující síle. To se sleduje pomocí optického mikroskopu nebo CCD kamery, která také umožňuje následnou počítačovou analýzu. Toto hodnocení je velmi rychlé, ale závisí na zkušenostech operátora. Výslednou hodnotou z tohoto pozorování je kritické zatížení  $L_c$ , které reprezentuje míru adheze povlaku.



**Obrázek 21 – Kritický zatížení povlaků na nástroji z RO <sup>[1]</sup>**

- b) Průběh normálové ( $F_N$ ) a tangenciální ( $F_T$ ) síly a také koeficient tření ( $F_T/F_N$ ).
- c) Signál akustické emise, což jsou vlny generované uvolněnou energií po vrypu. Díky těmto signálům lze například poznat případný vnik indentoru do substrátu, nebo i kritické zatížení, které je doprovázeno skokovým zvýšením akustické emise. <sup>[1]</sup>

## 5.4 Kontrola drsnosti

Drsnost povlaku je důležitá ze samotného ovlivnění řezných sil při obrábění, kdy dochází k tepelnému ovlivnění nástroje. Je ovlivněna jak kvalitou přípravy plochy nástroje, tak samotným povlakem. Při měření drsnosti se neberou v potaz vady povrchu, jako jsou například rysky, trhlinky či důlky, které vznikají v důsledku vad či poškození materiálu. <sup>[30]</sup>

Zdrojem vyšší drsnosti bývají zejména makročástice, které vznikají během procesu povlakování. Samotné měření se provádí zpravidla na dokonale vyleštěných vzorcích klasickým dílenským drsnoměrem. (viz obrázek 21). <sup>[30]</sup>



Obrázek 22 – Dílenský drsnoměr PRSR 2000 firmy JIRKA a spol. <sup>[32]</sup>

## 6 Experimentální část

V této části se zabírám měřením tloušťky povlaku na metalografickém výbrusu vzorku za použití optického mikroskopu Infinite Focus od firmy Alicona a digitálního mikroskopu Keyence VHX 6 000. Ke zjištění chemického složení byl použit elektronový rastrovací mikroskop QUANTA 450 FEG. Předmětem měření je tloušťka povlaku. Toto bude provedeno za použití 2 mikroskopů a výsledky budou v závěru práce vyhodnoceny a porovnány.

### 6.1 Povlakovací komora

K povlakování měřených substrátů bylo použito vakuové PVD komory INNOVA značky Oerlikon Balzers. Komora využívá metody napařování elektrickým obloukem. Nástroje a samotný proces povlakování byl zabezpečen firmou DORMER Pramet s.r.o



Obrázek 23 – Povlakovací zařízení INNOVA firmy DORMER Pramet s.r.o

Tabulka 1 -Specifikace zařízení INNOVA

Zdroj: <http://www.oerlikon.com/files/balzers>

Parametry stroje	
Šířka stroje (po ovládací konzoli)	1815 mm
Šířka ovládací konzole	480 mm
Hloubka stroje	2270 mm
Výška stroje	2602 mm
Parametry vakuové komory	
Průměr komory	1200 mm
Výška komory	980 mm
Nejvyšší povlakovaná výška	526 mm
Nejvyšší povlakovaný průměr	665 mm
Maximální nosnost	500 kg



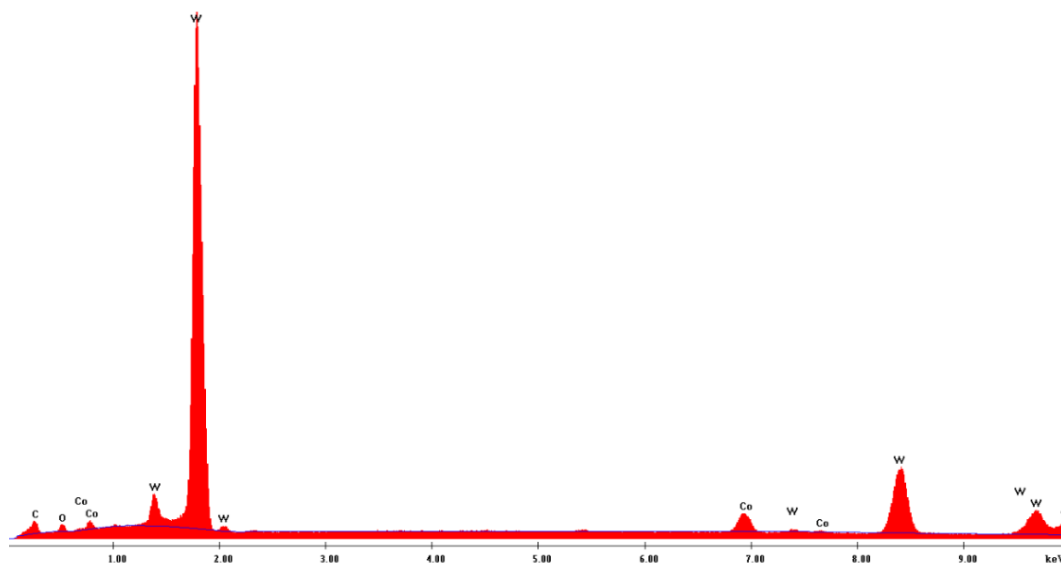
## 6.2 Vzorek

Měřený vzorek je stopka monolitního nástroje ze slinutého karbidu (WC+Co) s AlTiSiN povlakem, který byl povlakován na jednostopém držáku a jehož chemické složení je zobrazeno níže. Předepsaná tloušťka tohoto povlaku by se dle norem firmy DORMER Pramet s.r.o. měla pohybovat mezi 1 až 3  $\mu\text{m}$ . Z tohoto vzorku byly mechanicky odděleny (z důvodu možného tepelného ovlivnění) vzorky, ze kterých byl zpracován metalografický výbrus.



**Obrázek 24 – Stopka nástroje s připravenými zkušebními odřezky**

Přesné chemické složení jak substrátu (obrázek 25 a Tabulka 2), tak povlaku (obrázek 26 a Tabulka 3), bylo zjištěno na elektronovém mikroskopu QUANTA 450 FEG, který se nachází na Fakultě materiálově - technologické VŠB – TU Ostrava, pomocí tzv. integrace plochy píků, což je metoda chromatografického vyhodnocování dat. Na vodorovné ose je hodnota použitého rentgenového záření (v keV) na ose svislé jeho intenzita  $I_e$ . Z těchto hodnot se poté pomocí výše zmíněné metody určilo chemické složení.

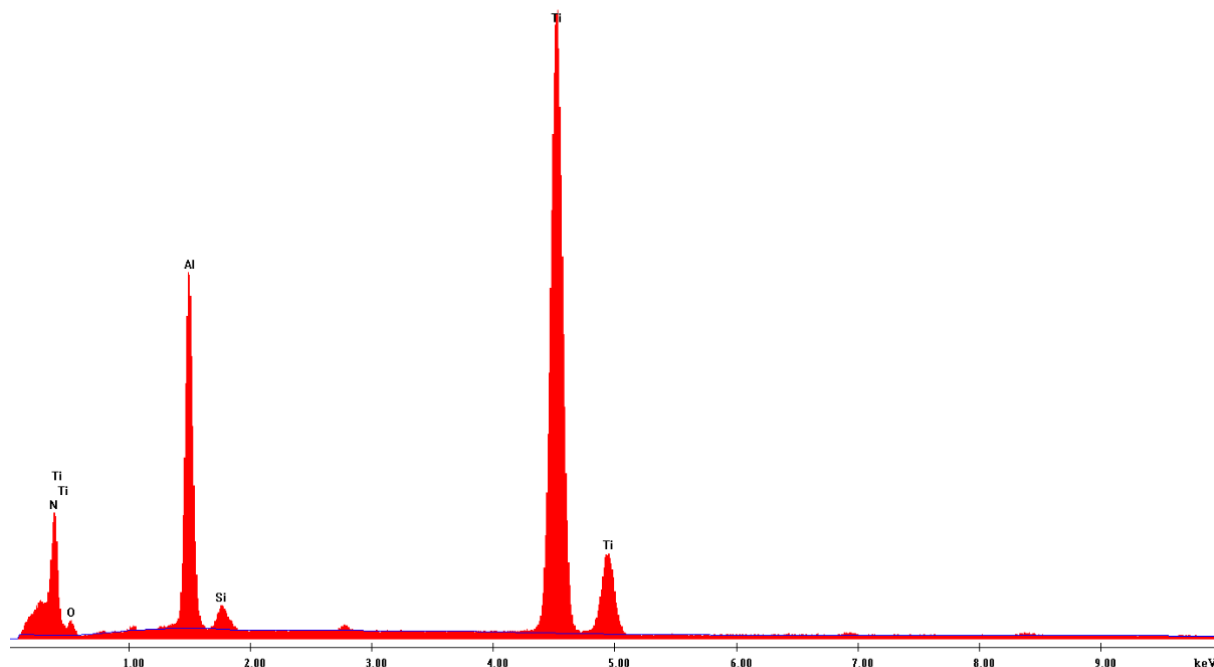


**Obrázek 25 – Spektrum matrice (substrátu) vyhodnocené pomocí integrace ploch píků**

**Tabulka 2 – Procentuální složení prvků v slinutém karbidu WC+Co**

Prvek	Hmotnostní procenta	Atomární procenta
<i>C</i>	11,9 %	64,9 %
<i>Co</i>	4,8 %	5,3 %
<i>W</i>	83,3 %	29,8 %
<b>Celkově</b>	<b>100 %</b>	<b>100 %</b>

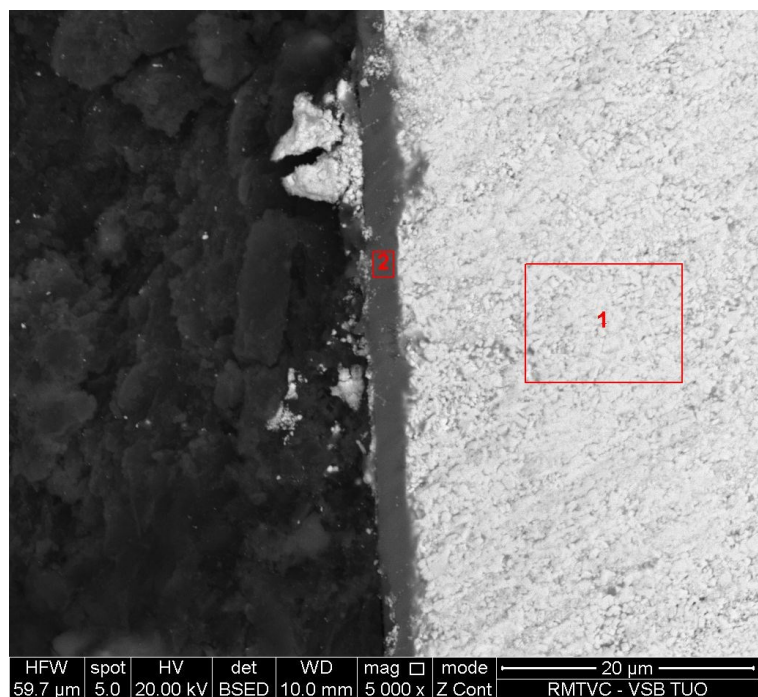
U spektra substrátu a povlaku je určen i pík kyslíku (O). Z tabulky je vynechán z toho důvodu, že má velmi nízké protonové číslo, proto jej nelze zcela přesně zjistit. To samé platí i pro uhlík. Jelikož je analýza složení velmi orientační, je uhlík ponechán jako příklad procentuálního složení karbidu wolframu (WC) ku pojivu (Co).



**Obrázek 26 – Spektrum povlaku vyhodnocené pomocí integrace ploch píků**

**Tabulka 3 -Procentuální složení prvků v AlTiSiN povlaku**

Prvek	Hmotnostní procenta	Atomární procenta
<i>N</i>	18,4 %	39,5 %
<i>Al</i>	18 %	20 %
<i>Si</i>	1,4 %	1,5 %
<i>Ti</i>	62,2 %	39 %
<b>Celkově</b>	<b>100 %</b>	<b>100 %</b>



**Obrázek 27 – 5 000x zvětšený vzorek měřený na elektronovém mikroskopu znázorňující strukturu substrátu s povlakem (1- substrát, 2- povlak)**

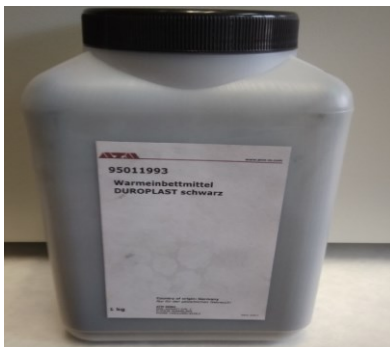
### 6.3 Příprava vzorku

Další fází v procesu měření je příprava metalografického výbrusu. Jak bylo řečeno v kapitole 6.2.5, je nutné vzorek nejprve zalít do pryskyřice, aby se s ním dalo lépe manipulovat. Tento proces přípravy byl proveden a zajištěn Fakultou materiálově – technologickou VŠB TU Ostrava. K přípravě vzorku na zalití byla použita tlaková komora zobrazena na obrázku níže.



**Obrázek 28 – Tlaková komora na úpravu vzorku**

Samotný postup práce spočíval v otevření komory skrze horní šroub a vložení vzorku měřenou stranou dolů. Následně se vzorek zasypal půl odměrkou černé pryskyřice.



**Obrázek 29 – Černá magnetická pryskyřice výrobce ATM**

Poté byla komora uzavřena a zajištěna. Následovalo zapnutí ohřevu na 250 °C, zajištění teploty pomocí termostatu, a to po dobu 8 minut, přičemž zároveň se musel v komoře zvýšit tlak pomocí páky (tzv. panenky) na 200 až 220 bar (tlak v komoře byl kontrolován na barometru).



**Obrázek 31 – Barometr komory**

Po vypnutí termostatu se do oběhu komory vpustil přívod vody, který postupně snižoval teplotu vzorku (přibližně 8 až 9 minut) a tlak postupně klesal na nulu. Po zajištění panenky a vypnutí přívodu vody se mohlo uvolnit víko komory a vytáhnout zalisovaný vzorek.

Zalisovaný vzorek ještě nebyl připraven k měření. Bylo nutné jej ještě přebrousit a přeleštit na brusce, aby se odstranila přebytečná či přeteklá pryskyřice a upravili měřené plochy. Toto opracování bylo ale velmi složité, jelikož slinutý karbid svou tvrdostí ničil brusné papíry a po opracování na povrchu vzorku vznikl kulový vrchlík. Právě to je také důvod, proč byl pro měření vhodný pouze jeden vzorek ze tří na celém výbrusu.



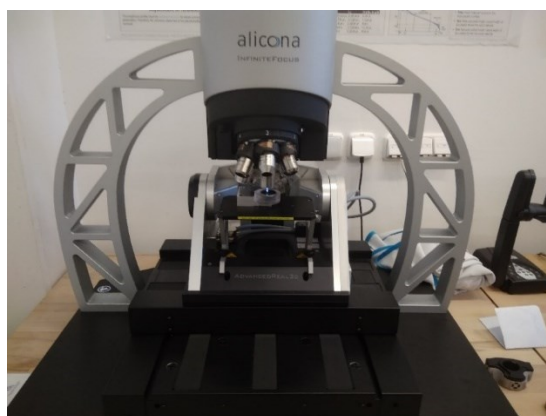
**Obrázek 32 – Vzorek po vytažení z tlakové komory připravený pro broušení**

## **6.4 Použité mikroskopy**

V tomto měření byly použity 3 druhy mikroskopů. Jeden optický mikroskop Alicona Infinite Focus nacházející se na Fakultě strojní VŠB – TU Ostrava, druhý řádkovací elektronový mikroskop (SEM) QUANTA 450 FEG a posledním byl digitální mikroskop Keyence VHX 6 000.

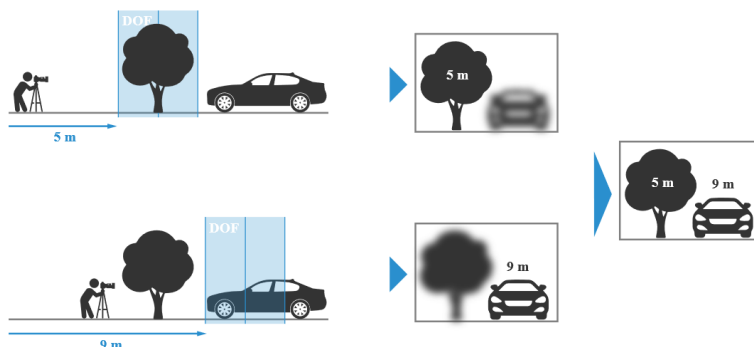
### **6.4.1 Optický mikroskop Alicona Infinite Focus**

Mikroskop Infinite Focus firmy Alicona je moderní, vysoce přesný 3D měřicí systém, sloužící k měření rozměrových a drsnostních parametrů, využívající systému Focus Variation. Jedná se o systém, který kombinuje malou hloubku ostrosti optického systému s vertikálním snímáním, což zajišťuje topografické informace o zkoumaném objektu. <sup>[39]</sup>



**Obrázek 33 – Mikroskop Alicona InfiniteFocus**

Základem je zdroj bílého světla, jehož paprsky jsou přes optický systém dopravovány na povrch vzorku a po odrazu zpět do objektivu, kde se nachází na světlo citlivá čidla. Díky nízké hloubce ostrosti je tak zaostřena určitá oblast vzorku. Aby bylo možné kompletní zjištění drsnosti povrchu, je nutné pohybovat s vertikální optikou mikroskopu pro změření vícero oblastí. Tak bude zajištěno, že každá oblast bude ostře viditelná. Následný algoritmus konvertuje výsledná data na 3D informace o povrchu se skutečnými barvami. [34]



Obrázek 34 – Obrázkový příklad využití hloubky ostrosti (DOF) [39]

Tabulka 4 – Základní technické specifikace mikroskopu Alicona InfiniteFocus [39]

Max. rozměry vzorku (X, Y, Z) [mm]	100 x 100 x 100					
Zvětšení objektivu	2,5x	5x	10x	20x	50x	100x
Pracovní rozsah [mm]	8,8	23,5	17,5	19	11	4,5
Minimální měřitelná drsnost [ $\mu\text{m}$ ] " $R_a$ "	7	1,2	0,3	0,15	0,06	0,03
Minimální měřitelný rádius [ $\mu\text{m}$ ]	20	10	5	3	2	1

#### 6.4.2 Digitální mikroskop Keyence VHX 6 000

Mikroskop VHX 6000 je moderní digitální mikroskop vybavený souborem čoček se zvětšením od 0,1x až 5 000x, které poskytují pozorování s vysokým rozsahem hloubky ostrosti a víceúhlovým pozorováním. Samotný mikroskop je navíc vybaven kamerou a LCD displejem s vysokým rozlišením, který slouží jako vizuální zpětná vazba z měření. [41]



Obrázek 35 – Digitální mikroskop VHX 6 000 [41]

**Tabulka 5 - Základní technické specifikace mikroskopu Keyence VHX 6 000 <sup>[40]</sup>**

	<b>Max. rozměry vzorku (X, Y) [mm]</b>	100 x 100
<b>Kamera</b>	<b>Počet snímků za vteřinu</b>	50
	<b>Obrazový snímač</b>	1/1,8 palcový obrazový snímač
	<b>Rozlišení</b>	1 600 x 1200 až 4 800 x 3 600 (závisí na nastavení)
<b>LCD monitor</b>	<b>Úhlopříčka monitoru</b>	23 palců
	<b>Rozměry [mm]</b>	509,187 x 286,416

#### 6.4.3 Řádkovací elektronový mikroskop QUANTA 450 FEG

Mikroskop QUANTA 450 FEG nacházející se na Fakultě materiálově – technologické je moderní SEM mikroskop, který umožňuje ve velmi vysokém rozlišení zobrazit a charakterizovat strukturu materiálů. Krom toho dokáže také velmi dobře stanovit chemické složení, či krystalografické parametry povrchové vrstvy vzorku. <sup>[38]</sup>



**Obrázek 36 – SEM mikroskop QUANTA 450 FEG firmy FEI <sup>[42]</sup>**

Tento mikroskop se využívá například pro studium mikrostruktury nebo také analýzu kovových i nekovových materiálů. <sup>[38]</sup>

**Tabulka 6 – Základní technické specifikace mikroskopu QUANTA 450 FEG <sup>[38]</sup>**

<b>Max. rozměry vzorku (X, Y) [mm]</b>	100 x 100
<b>Bodové rozlišení</b>	1 nm (při 30 kV)
<b>Maximální pracovní tlak v komoře</b>	3 000 Pa
<b>Detektory</b>	BSED, SED, GSED



## 6.5 Postup měření

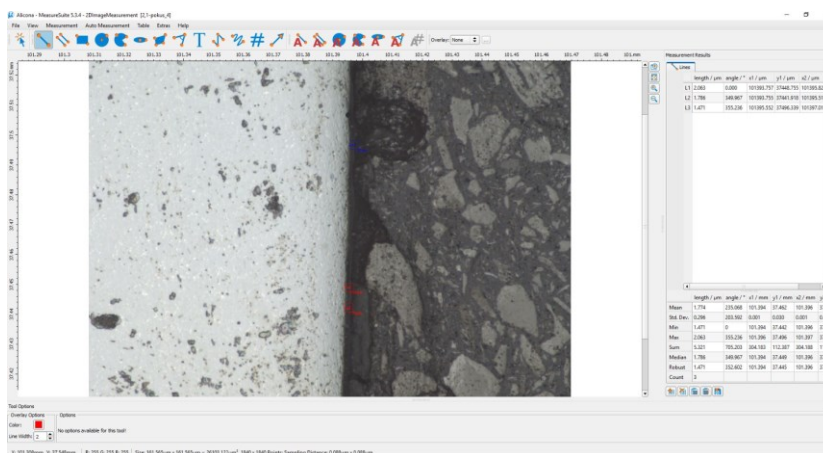
Na úvod měření byl kruhový vzorek rozdělen na 6 kvadrantů ( $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$ ,  $210^\circ$ ,  $270^\circ$  a  $330^\circ$ ), které byly následně měřeny. V každém kvadrantu byl povlak změřen na 3 až 6 místech a hodnoty zaznamenány. Řez, který byl měřen, je zobrazen na obrázku níže. Přímo tento byl zvolen z toho důvodu, že další 2 nebyly pro měření vhodné (jeden byl mechanicky poškozen a druhý nebyl vhodně vybroušen).



Obrázek 37 – Metalografický výbrus připraven na měření s vyznačeným zkušebním řezem

## 6.6 Měření na mikroskopu InfiniteFocus

Pro měření bylo využito systému MeasureSuite verze 5.3.4 pro operační systém Windows, který slouží jako systémový nástroj pro práci s mikroskopem. Vzorek byl měřen pod zvětšením x100.



Obrázek 38 – Screenshot z měření 2. kvadrantu ( $90^\circ$ ) ze systému MeasureSuite firmy Alicona



Měření na optickém mikroskopu bylo ze začátku problematické, jelikož světlo, které vzorek nasvítlo, se odráželo od jeho povrchu a rozhraní mezi substrátem a povlakem bylo velmi nečitelné. Po kalibraci již bylo vše v pořádku.

Následující tabulky vyhodnocení a výpočty byly určeny a vypočteny v systému MS Excel. Pro výpočet hodnoty „*aritmetický průměr*“ byla použita funkce „=PRŮMĚR“, pro hodnotu výběrové směrodatné odchylky funkce „=SMODCH.VÝBĚR.S“, pro určení výběrové střední chyby průměru byl použit vzorec (5) a rozšířené nejistoty (6).

$$S_{xr} = \frac{S_x}{\sqrt{n}} \quad [\mu\text{m}] \quad (5)$$

kde  $S_x$  je hodnota výběrové směrodatné odchylky  $[\mu\text{m}]$  a  $n$  je počet měření.

$$U_x = t \cdot S_{xr} \quad [\mu\text{m}] \quad (6)$$

kde  $t$  je Studentovo rozdělení a  $S_{xr}$  je hodnota výběrové střední chyby průměru

**Tabulka 7 – Naměřené hodnoty tloušťky povlaku ve všech kvadrantech**

<b>0°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	1,656
	2. $[\mu\text{m}]$	1,421
	3. $[\mu\text{m}]$	1,758
<b>90°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	2,063
	2. $[\mu\text{m}]$	1,786
	3. $[\mu\text{m}]$	1,471
<b>180°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	2,787
	2. $[\mu\text{m}]$	1,64
	3. $[\mu\text{m}]$	1,189
<b>210°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	2,363
	2. $[\mu\text{m}]$	1,262
	3. $[\mu\text{m}]$	1,125
<b>270°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	1,479
	2. $[\mu\text{m}]$	1,225
	3. $[\mu\text{m}]$	1,197
<b>330°</b>	1. $[\mu\text{m}]$	1,311
	2. $[\mu\text{m}]$	1,792
	3. $[\mu\text{m}]$	1,119
<i>Aritmetický Průměr</i>		<b>1,591333</b>
<i>Výběrová směrodatná odchylka</i>		<b>0,453441</b>
<i>Výběrová střední chyba průměru</i>		<b>0,106877</b>
<i>Studentovo rozdělení</i>		<b>2,109816</b>
<i>Rozšířená nejistota (při 97,5% pravděp.)</i>		<b>0,22549</b>

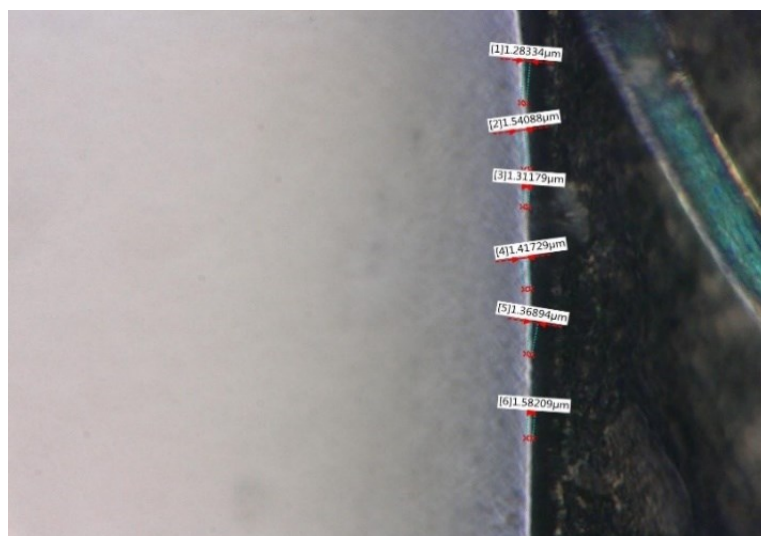
Studentovo rozdělení  $t$  bylo také určeno v systému MS Excel a to použitím funkce „=TINV“, která využívá dvou parametrů, a to hladiny významnosti  $\alpha$  a stupně volnosti  $v$ . Parametr hladiny významnosti závisí na tom, s jakou pravděpodobností, respektive v jakém kvantilu, určíme výsledek. V tomto případě byla volena hladina významnosti  $\alpha = 0,05$  (5 %) pro 97,5% kvantil, který je standardním v oblasti vyhodnocování měření ve strojírenské metrologii.

Co se týče stupňů volnosti, tak zde se jedná o parametr, který je rovný počtu měřených hodnot zmenšený o jedna, tedy v případě prvního měření **17**, ve druhém **35**.

Výsledná tloušťka povlaku po celém obvodu průřezu naměřená na mikroskopu Alicona Infinite, zaokrouhlená na 3 desetinná místa, je rovna  **$(1,591 \pm 0,226) \mu\text{m}$** .

## 6.7 Měření na mikroskopu VHX 6 000

Pro měření bylo využito systému VHX X2MX software, který je dodáván s ovládací konzolí tohoto mikroskopu.



**Obrázek 39 - Screenshot z měření 2. kvadrantu ( $90^\circ$ ) ze systému VHX X2MX firmy Keyence**

**Tabulka 9 - Naměřené hodnoty tloušťky povlaku ve všech kvadrantech**

<b>0°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	2,17129
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	2,17129
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	2,53317
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	2,53317
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	1,93003
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,95032
<b>90°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	1,28334
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	1,54088
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	1,31179
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	1,41729
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	1,36894
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,58209
<b>180°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	1,86521
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	2,49337
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	2,61483
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	2,05308
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	2,11344
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,82344
<b>210°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	1,58798
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	1,53151
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	1,5587
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	1,46805
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	1,54535
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,63206
<b>270°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	1,70887
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	1,70493
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	1,80108
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	1,62024
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	1,87927
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,44473
<b>330°</b>	1. [ $\mu\text{m}$ ]	2,03297
	2. [ $\mu\text{m}$ ]	1,497
	3. [ $\mu\text{m}$ ]	2,26709
	4. [ $\mu\text{m}$ ]	2,26962
	5. [ $\mu\text{m}$ ]	1,97551
	6. [ $\mu\text{m}$ ]	1,94637
	<i>Aritmetický Průměr</i>	<b>1,839675</b>
	<i>Výběrová směrodatná odchylka</i>	<b>0,370147</b>
	<i>Výběrová chyba průměru</i>	<b>0,087245</b>
	<i>Studentovo rozdělení</i>	<b>2,030108</b>
	<i>Rozšířená nejistota (při 97,5% pravděp.)</i>	<b>0,17712</b>

Nakonec je tedy výsledná tloušťka povlaku naměřená na mikroskopu Keyence VHX 6000 ,zaokrouhlená na 3 desetinná místa, rovna **(1,840±0,177)  $\mu\text{m}$ .**

## 6.8 Měření na SEM QUANTA 450 FEG

Na tomto mikroskopu byl 3x přeměřen 5. kvadrant (270 °) a to z důvodu dosáhnutí požadovaných dat pro porovnání přesnosti použitých mikroskopů pro zvolený kvadrant. Měření probíhalo při zvětšení 5 000x a urychlovacím napětím svazku elektronů 20 kV.

**Tabulka 10 – Naměřené hodnoty tloušťky povlaku 5. kvadrantu při prvním měření**

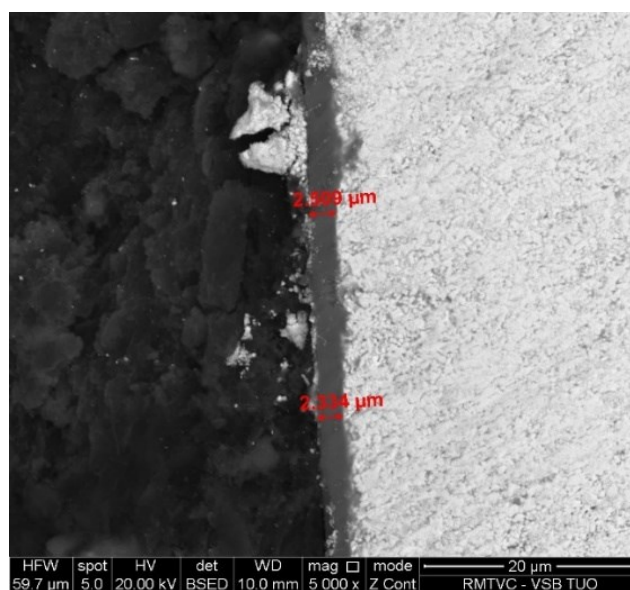
<b>270°</b>	<b>1. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,04
	<b>2. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,506
	<b>3. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,099
	<b>Průměr</b>	<b>2,215</b>

**Tabulka 11 – Naměřené hodnoty tloušťky povlaku 5. kvadrantu při druhém měření**

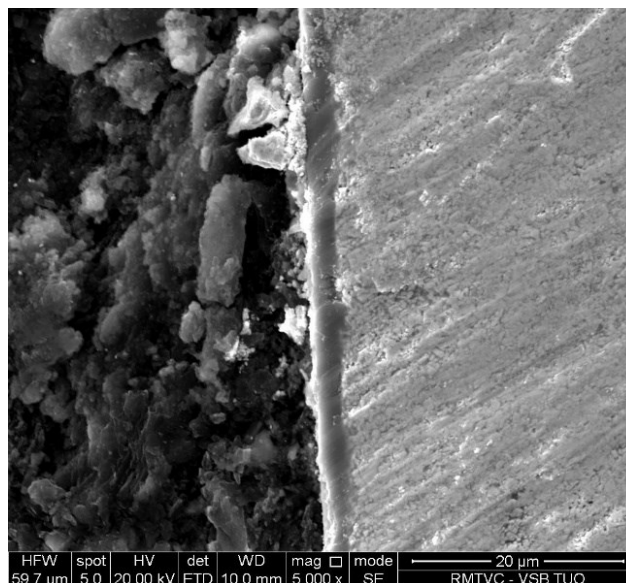
<b>270°</b>	<b>1. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,367
	<b>2. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,473
	<b>3. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,362
	<b>Průměr</b>	<b>2,400667</b>

**Tabulka 12 – Naměřené hodnoty tloušťky povlaku 5. kvadrantu při třetím měření**

<b>270°</b>	<b>1. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,509
	<b>2. [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,334
	<b>Průměr</b>	<b>2,4215</b>



**Obrázek 40 – Screenshot z třetího měření 5. kvadrantu zaznamenaný signály BSE**



**Obrázek 41 – Screenshot z třetího měření 5. kvadrantu zaznamenan signály SE**

Obrázky 40 a 41 jsou pořízeny ze stejného místa, ale pro porovnání struktury snímají jiné signály. Obrázek 40 snímá signál BSE elektronů, tedy zpětně odražených elektronů, a obrázek 41 snímá jen sekundární elektrony (SE). Rozdíl mezi těmito signály je v hloubce, ve které byly emitovány. BSE elektrony se emitují z větší hloubky a můžeme díky nim rozlišit tzv. materiálový kontrast, tedy, že materiály s nižším protonovým číslem mají tmavší kontrast než ty s větším. Zato SE se emitují z menší hloubky a slouží zejména ke zobrazení topografie povrchu vzorku. <sup>[43]</sup>

Díky tomu lze například na obrázcích rozlišit rozbroušené vměstky slinutého karbidu v prostoru pryskyřice v horní části fotky.

## Závěr

Předmětem této práce byla v rámci rešerše shrnuta problematika povlakovacích metod a metod měření a kontroly vlastností povlaků. V praktické části bylo řešeno již konkrétní měření tloušťky povlaku a jeho chemického složení na stopce monolitního nástroje.

Prvním úkolem experimentu bylo určení chemického složení, které se potvrdilo pomocí metody integrace ploch peaků na elektronovém mikroskopu. Touto metodou se potvrdilo jak složení povlaku, tak samotného substrátu.

Předepsaná tloušťka povlaku po celém obvodu nástroje, stanovená firmou DORMER Pramet s.r.o. pro tento typ povlaku a rozměr nástroje je 1 až 3  $\mu\text{m}$ . Při měření se výsledné hodnoty nacházeli právě v tomto rozsahu, takže tloušťka povlaku na nástroji je vyhovující.

Jak u měření na prvním či druhém zařízení, průměrné tloušťky povlaku vycházely od 1,5 do 1,85  $\mu\text{m}$ , což je zhruba střední hodnota na rozsahu tloušťky stanoveného firmou DORMER Pramet s.r.o. Pokud bychom ale porovnali hodnoty naměřené všemi mikroskopy jen v 5. kvadrantu, došli bychom k závěru, že na elektronovém mikroskopu se hodnoty průměrné tloušťky v tomto kvadrantu liší o necelý 1  $\mu\text{m}$ , oproti hodnotám naměřených na prvních 2 mikroskopech. To může být způsobeno například lepší rozlišovací schopností elektronového mikroskopu, nízkým počtem měření nebo také chybným uchycením počátečního a koncového bodu při měření jedné hodnoty tloušťky povlaku.

K závěru bych chtěl připomenout, že měřený vzorek byl povlakován na jednostopém držáku vakuové komory, tedy povlak by měl být po celém svém průměru rovnoměrně rozprostřen, což se (vezmu-li v potaz kompletní měření na prvních 2 mikroskopech) potvrdilo. Tato práce by později mohla mít potenciál v oblasti měření tlouštěk povlaku i na dvoustopém držáku, kde by mohla například kontrolovat, v jakém rozsahu došlo ke stínovému efektu, což je nežádoucí jev při povlakování.

## Seznam použité literatury a citací

- [1] HUMÁR, Anton. *Matriály pro řezné nástroje*. Praha : MM publishing, s.r.o., 2008. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [2] *Současnost a trendy povlakování technologií PVD*. [Online]. [Citace: 23. 11. 2019]  
Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologie-pvd.html>
- [3] *Metoda PVD - fyzikální nanášení povlaků*. ELUC [Online]. [Citace: 23.11.2019]  
Dostupné z: <https://eluc.kr-olomoucky.cz/verejne/lekce/1430>.
- [4] Ústav mikroelektroniky, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Vysoké učení technické v Brně [online]. Copyright © [cit. 25.11.2019].  
Dostupné z: <http://www.umel.feec.vutbr.cz/~sandra/mvaf/2kineticg.pdf>
- [5] ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE [online]. Copyright ©D [cit. 25.11.2019].  
Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/TI\\_TO-1cast.pdf](http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/TI_TO-1cast.pdf)
- [6] BITTNER, J. *Metody povlakování řezných nástrojů*. Brno, 2010. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Anton Humár.
- [7] *Metoda PVD - fyzikální nanášení povlaků*. ELUC [Online]. Dostupné z: <https://eluc.kr-olomoucky.cz/verejne/lekce/1430>
- [8] *Tenké vrstvy*, [online]. [cit. 25.11.2019]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/tenke\\_vrstvy\\_sma.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf)
- [9] *Plasma-enhanced chemical vapor deposition* - Wikipedia. [online]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Plasma-enhanced\\_chemical\\_vapor\\_deposition](https://en.wikipedia.org/wiki/Plasma-enhanced_chemical_vapor_deposition)
- [10] SLÉHA, V. *Aplikační oblasti PVD povlaků u řezných nástrojů ze slinutého karbidu* : bakalářská práce. Ostrava : VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra obrábění a montáže, 2013, 52 s. Vedoucí práce: Mrkvica, I.
- [11] DOLEŽALOVÁ, Petra. *Vlastnosti povlaků řezných nástrojů ze slinutého karbidu*. Brno 2013. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. 52s. příloh 3. Vedoucí diplomové práce: Ing. Karel Osička Ph.D.
- [12] *Naprašování*, [online]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Napra%C5%A1ov%C3%A1n%C3%AD#Magnetronov%C3%A9\\_napra%C5%A1ov%C3%A1n%C3%AD](https://cs.wikipedia.org/wiki/Napra%C5%A1ov%C3%A1n%C3%AD#Magnetronov%C3%A9_napra%C5%A1ov%C3%A1n%C3%AD)
- [13] HOLČÁK, Michal. *Měření vlastností povlaků vytvořených PVD technologií*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2017, 64 s. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Fakulta technologická, Ústav výrobního inženýrství. Vedoucí práce Maňas, David. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10563/40779>

- [14] *Povlaky* [online] Carbide © [cit. 25.11.2019], Dostupné z: <https://www.carbide.cz/sluzby/povlaky/>
- [15] *TiCN - Karbonitrid titanu* [online]. Copyright © [cit. 12.12.2019]. Dostupné z: <http://www.uddeholm.cz/czech/files/TiCN.pdf>
- [16] *TiN - Nitrid titanu* [online]. Copyright © [cit. 12.12.2019]. Dostupné z: <http://www.uddeholm.cz/czech/files/TiN.pdf>
- [17] *Machining, Corrosion Protection, Medicine ... ZrN Does it All | Eifeler High-Tech Coatings.*  
*Exzellente PVD und DLC Beschichtungen in Wien | Eifeler Hightech Beschichtungen | Hightech Beschichtungen* [online].  
Dostupné z: [http://www.eifeler-austria.com/en/pvd\\_coating/hard\\_coating\\_zrn/](http://www.eifeler-austria.com/en/pvd_coating/hard_coating_zrn/)
- [18] *CrN* [online]. Copyright © [cit. 12.12.2019]. Dostupné z: <http://www.uddeholm.cz/czech/files/CrN.pdf>
- [19] *Get to Know Your Cutting Tool: 3-Flute CrN Coated Performance End Mills - TORMACH LABS.* [online]. Copyright © 2019 [cit. 12.12.2019]. Dostupné z: <https://www.tormach.com/blog/get-to-know-your-cutting-tool-3-flute-crn-coated-performance-end-mills/>
- [20] *Měření vlastností povlaků na nástrojích.* MM spektrum [online]. Copyright © 2019 [www.mmspektrum.com](http://www.mmspektrum.com) [cit. 03.10.2019].  
Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich.html>
- [21] *Zkouška tvrdosti podle Brinella* – Wikipedie. [online]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka\\_tvrdosti\\_podle\\_Brinella](https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrdosti_podle_Brinella)
- [22] *Brinell - tvrdost podle Brinella.* conVERTER - převody jednotek [online]. Copyright © 2000 Jiří Bureš [cit. 20.12.2019]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-brinell.htm>
- [23] *Zkouška tvrdosti podle Rockwella* – Wikipedie. [online]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka\\_tvrdosti\\_podle\\_Rockwella](https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrdosti_podle_Rockwella)
- [24] *Rockwell - tvrdost podle Rockwella.* conVERTER - převody jednotek [online]. Copyright © 2002 [cit. 29.12.2019]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-rockwell.htm>
- [25] *Zkouška tvrdosti podle Vickerse* – Wikipedie. [online]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka\\_tvrdosti\\_podle\\_Vickerse](https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrdosti_podle_Vickerse)
- [26] *Vickers - tvrdost podle Vickerse.* conVERTER - převody jednotek [online]. Copyright © 2000 Jiří Bureš [cit. 29.12.2019]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-vickers.htm>
- [27] *Knoop - tvrdost podle Knoop.* conVERTER - převody jednotek [online]. Copyright © 2000 Jiří Bureš [cit. 29.12.2019]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-knoop.htm>



- [28] *Coating thickness tester (Calo® test or ball crater test)* - This website gives details of the equipment used to measure coating thickness. Wayback Machine [online]. Copyright © 2005 [cit. 29.12.2019]. Dostupné z: <https://web.archive.org/web/20090628230613/http://pvd-coatings.co.uk/coating-thickness-tester.htm>
- [29] PERTLÍK, D. *Vliv podložky na magnetické vlastnosti povlaků při magnetronovém naprašování*: bakalářská práce. Praha : České vysoké učení technické, Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství, 2016, Vedoucí práce: Starý, V.
- [30] *Měření vlastností povlaků na nástrojích*. Nejčtenější strojírenský časopis - MM spektrum [online]. Copyright © 2020 [www.mmspektrum.com](http://www.mmspektrum.com) [cit. 02.01.2020]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich.html>
- [31] *Working Principle of Scratch Tests - News - Material testing instruments* | laboratory overall solution integrated suppliers - standard groups (Hong Kong) co., LTD. [online]. Copyright © Standard Groups plc [cit. 02.01.2020]. Dostupné z: <http://www.standard-groups.com/en/News/105.html>
- [32] *Přenosný digitální drsnoměr PRSR200* | Měřidla Jirka. JIRKA a spol., s.r.o. [online]. Dostupné z: <https://www.meridla-jirka.cz/product/prenosny-digitalni-drsnomer-prsr200>
- [33] *Focus variation - Wikipedia*. [online]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Focus\\_variation](https://en.wikipedia.org/wiki/Focus_variation)
- [34] *Focus Variation Technology* | Alicona. Dimensional Metrology & Surface Roughness Measurement | Alicona [online]. Copyright © 2019 [cit. 03.02.2020]. Dostupné z: <https://www.alicon.com/en/focus-variation/>
- [35] *Mikroskopické metody – WikiSkripta*. 301 Moved Permanently [online]. Dostupné z: [https://www.wikiskripta.eu/w/Mikroskopick%C3%A9\\_metody](https://www.wikiskripta.eu/w/Mikroskopick%C3%A9_metody)
- [36] *Vítá vás Portál moderní fyziky*. | *Portál moderní fyziky* [online]. Copyright © [cit. 18.02.2020]. Dostupné z: <https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>
- [37] *Katedra materiálového inženýrství | Strojnická fakulta* [online]. Copyright © T [cit. 18.02.2020]. Dostupné z: [http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka\\_Metalografia.pdf](http://kmi2.uniza.sk/wp-content/uploads/2010/10/Prakticka_Metalografia.pdf)
- [38] *Analytický řádkovací elektronový mikroskop – Hodnocení vlastností materiálů* [online]. Copyright © [cit. 19.04.2020]. Dostupné z: <http://static.rmtvc.s8.upgates.com/5/529da924b5769-4-analytický-radkovaci-mikroskop.pdf>
- [39] *Infinite Focus | Dimensional metrology & surface roughness* | Alicona. *Dimensional Metrology & Surface Roughness Measurement* | Alicona [online]. Copyright © 2020 Alicona Imaging GmbH. All rights reserved. [cit. 21.04.2020]. Dostupné z: <https://www.alicon.com/en/products/infinitefocus/>

[40] *Rent or Buy Test Equipment* | ATEC [online]. Copyright ©31u [cit. 27.04.2020].  
Dostupné z: <https://www.atecorp.com/atecorp/media/pdfs/data-sheets/keyence-vhx-6000.pdf?ext=.pdf>

[41] *Rent or Buy Test Equipment* | ATEC [online]. Dostupné z:  
<https://www.atecorp.com/products/keyence/vhx-6000>

[42] *FEIの電子顕微鏡とイオンビーム顕微鏡* [online]. Copyright ©0 [cit. 27.04.2020].  
Dostupné z: [http://www.fei.co.jp/documents/DS0005-05-2015\\_Quanta\\_450\\_FEG-WEB.pdf](http://www.fei.co.jp/documents/DS0005-05-2015_Quanta_450_FEG-WEB.pdf)

[43] *Metody studia struktury* [online]. Copyright © [cit. 11.05.2020]. Dostupné z:  
<http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/MSS/Metody%20studia%20struktury.pdf>